

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : 2 662 688

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : 90 06841

(51) Int Cl⁸ : C 03 B 37/01; C 03 C 3/078, 3/087

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 01.06.90.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : 06.12.91 Bulletin 91/49.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

(71) Demandeur(s) : ISOVER SAINT-GOBAIN Société
Anonyme — FR.

(72) Inventeur(s) : Thelohan Sylvie, De Meringo Alain,
Furtak Hans et Holstein Wolfgang.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : Breton Jean-Claude.

THE BRITISH LIBRARY

10 FEB 1992

SCIENCE REFERENCE AND
INFORMATION SERVICE

(54) Fibres minérales susceptibles de se décomposer en milieu physiologique.

(57) La présente invention concerne des compositions de
fibres minérales susceptibles de se dégrader au contact
d'un milieu physiologique.

Des compositions avantageuses comprennent les consti-
tuants suivants, selon des proportions pondérales définies
ci-après:

SiO₂ 43 à 58 %

Al₂O₃ 4 à 10 %

CaO 7 à 40 %

MgO 4 à 12 %

P₂O₅ 0,5 à 7 %

Fe₂O₃ 1 à 20 % (fer total exprimé sous cette forme)

ainsi que les oxydes Na₂O, KO, TiO₂, la somme de ces der-
niers demeurant inférieure à 10 %.

FR 2 662 688 - A1



FIBRES MINÉRALES SUSCEPTIBLES DE SE DÉCOMPOSER

5

EN MILIEU PHYSIOLOGIQUE

10

La présente invention concerne le domaine des fibres minérales ; elle vise plus précisément des fibres minérales dont la composition est telle qu'elles se dégradent dès qu'elles sont en contact d'un milieu physiologique.

L'isolation thermique et acoustique des bâtiments est souvent réalisée à partir de produits constitués pour l'essentiel de laine minérale, telle que la laine de roche. La configuration particulière des lieux à isoler conduit souvent les personnes chargées de la pose de ces produits à les découper sur place. Cette opération provoque la rupture des fibres et, éventuellement, la dispersion de certaines d'entre elles dans l'atmosphère. Il s'ensuit que, parfois, une fibre peut être inhalée accidentellement.

Bien que la nocivité des fibres inhalées n'ait pas été démontrée, le besoin se fait sentir de rassurer les utilisateurs en leur proposant un produit dont l'innocuité est réelle.

Le but de la présente invention est de proposer des fibres minérales dont la composition est telle qu'elles se dégradent rapidement en contact d'un milieu physiologique.

La présente invention a notamment pour objet des fibres susceptibles d'être obtenues par les techniques traditionnelles de centrifugation externe.

Ces techniques sont utilisées pour fibrer des verres obtenus par fusion de matières premières telles que des basaltes ou des laitiers de haut fourneau. Certaines de ces techniques, dites encore de centrifugation libre,

- 2 -

consistent à déverser un filet de verre fondu sur la bande périphérique d'une roue de centrifugation, tournant à grande vitesse autour d'un axe perpendiculaire à la direction du filet de verre. Sous l'effet de la force centrifuge, une partie du verre est transformée en fibres, le reste étant renvoyé vers une autre roue où le même phénomène se produit ; trois ou quatre roues peuvent être ainsi interposées sur le trajet du verre fondu.

Les buts de l'invention sont atteints en modifiant des compositions verrières connues utilisées dans les techniques de centrifugation libre. A partir de telles compositions, comprenant pour l'essentiel de la silice, de l'alumine, des oxydes alcalino-terreux, les inventeurs ont découvert que l'addition de pentoxyde de phosphore, conjuguée avec une diminution de la teneur en alumine, permet d'obtenir des verres qui, sous forme de fibres, se dégradent rapidement en milieu physiologique.

Les verres selon l'invention possèdent par ailleurs des propriétés qui, pour les principales d'entre elles, sont proches de celles des verres connus. C'est ainsi qu'ils peuvent être transformés en fibres en utilisant les roues de centrifugation classiques.

Les fibres minérales selon l'invention présentent une composition qui renferme les constituants ci-après, dans les proportions pondérales définies par les limites suivantes :

	SiO_2	43	à 58 %
	Al_2O_3	4	à 10 %
	CaO	7	à 40 %
30	MgO	4	à 12 %
	P_2O_5	0,5	à 7 %
	Fe_2O_3	1	à 20 %

ainsi que les oxydes Na_2O , K_2O , TiO_2 dont la somme demeure inférieure à environ 10 %. La totalité du fer contenu dans la composition selon l'invention est exprimée sous forme d'oxyde ferrique.

Les compositions ainsi définies peuvent être élaborées à partir de constituants purs, mais sont généralement obtenues par fusion d'un mélange de matières premières

- 3 -

vitrifiables apportant différentes impuretés. La teneur totale de ces impuretés demeure inférieure à environ 2 % en poids.

Pour pouvoir être utilisées dans les techniques de centrifugation externe, les compositions selon l'invention présentent avantageusement une viscosité adéquate à une température relativement basse. Ceci dépend en grande partie de la somme totale des oxydes SiO_2 et Al_2O_3 . Dans le cadre de l'invention, la somme de ces oxydes est généralement supérieure à 50 % en poids.

D'autre part, la production des fibres est conditionnée par la plus ou moins grande aptitude du verre à développer des cristaux dans sa masse. Ce phénomène, dit de dévitrification, est caractérisé par plusieurs températures : celle à laquelle la vitesse de croissance des cristaux est maximale et celle à laquelle cette vitesse de croissance devient nulle (liquidus).

Pour une large part, ce phénomène est plus ou moins accentué en fonction de la somme totale des oxydes alcalino-terreux. Dans le cadre de l'invention, cette somme demeure inférieure à environ 40 % en poids.

Le domaine des compositions préférées selon l'invention est délimitée par les proportions pondérales suivantes:

25	SiO_2	44	à 50	%
	Al_2O_3	4	à 6	%
	CaO	9	à 30	%
	MgO	7	à 10	%
	Fe_2O_3	2	à 13	%
30	P_2O_5	1	à 7	%
	$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	2	à 5	%
	TiO_2	0,5	à 3	%
	impuretés	< 2		%

Les avantages de l'invention sont mis en évidence dans la description ci-après, illustrée de quelques exemples non limitatifs.

Les mesures de dégradabilité en milieu physiologique ont été effectuées sur des fibres dont le diamètre est constant et égal à environ 10 micromètres.

- 4 -

Ces fibres sont plongées dans une solution qui simule un milieu physiologique et dont la composition chimique est la suivante (exprimée en g/l) :

	NaCl	6,78
5	NH ₄ Cl	0,535
	NaHCO ₃	2,268
	NaH ₂ PO ₄ H ₂ O	0,166
	(Na ₃ citrate) 2H ₂ O	0,059
	Glycine	0,450
10	H ₂ SO ₄	0,049
	CaCl ₂	0,022

L'essai de dégradabilité par cette solution est conduit dans les conditions suivantes : on plonge 30 milligrammes de fibres dans 250 millilitres de solution maintenue en milieu fermé, à la température de 37°C pendant 30 jours. A l'issue de cette période on mesure la concentration de la silice dissoute dans la solution ; cette concentration est exprimée en milligrammes par litre.

Les compositions testées et les résultats obtenus sont exposés dans les tableaux n° 1 et 2 en annexe.

Dans le tableau 1 figurent quatre compositions illustrant l'invention (verres n° 2, 3, 5 et 6) et deux compositions connues servant de référence (verre n° 1 et 4).

La présence de pentoxyde de phosphore, dans les compositions selon l'invention, a toujours pour conséquence une augmentation de la concentration de la silice présente dans la solution d'attaque des fibres obtenues à partir desdites compositions, comparativement aux fibres dont la composition ne renferme pas de phosphore.

Le tableau 2 rassemble quelques résultats expérimentaux à l'appui de cette affirmation.

La comparaison entre les verres n° 1, 2 et 3 d'une part, les verres n° 4, 5 et 6 de l'autre, montre par ailleurs que la substitution de P₂O₅ à une partie de l'alumine a pour effet d'augmenter considérablement la concentration de la silice dissoute dans la solution d'attaque des fibres testées. Une telle augmentation est très révélatrice de la vitesse de décomposition des fibres illustrant l'invention.

Le phosphore est apporté dans le mélange vitrifiable

- 5 -

sous forme, par exemple, de phosphate disodique ou de phosphate de calcium. Lorsque la quantité de phosphate introduite dans le mélange vitrifiable est relativement importante, sa fusion peut être parfois difficile. C'est la raison pour laquelle la teneur en pentoxyde de phosphore, dans les compositions demeure égale ou inférieure à environ 7 % en poids.

Les compositions selon l'invention, qui présentent à la fois des caractéristiques de viscosité et de dévitrification appropriées au procédé de fibrage par centrifugation externe, et, à l'état de fibres, une grande vitesse de décomposition en milieu physiologique, comprennent environ moins de 6 % en poids d'oxydes alcalins.

Les verres selon l'invention peuvent être transformés en fibres à partir de dispositifs de centrifugation externe connus, comme ceux décrits par exemple dans les brevets US-A-2.663.051, EP-A-0.167.508 ou FR-A-2.609.708.

Les fibres ainsi obtenues permettent d'obtenir des produits fibreux d'excellente qualité aptes à de nombreuses applications. Ainsi, par exemple, les fibres selon l'invention sont avantageusement utilisées sous la forme de panneaux géométriquement bien définis, rigidifiés par un liant polymérisé, ou sous la forme de produits tubulaires destinés à isoler les canalisations. Les fibres selon l'invention peuvent être utilisées également sous forme de matelas cousus sur du carton ou du grillage métallique, sous forme de bourrelet, ou même en vrac par remplissage.

- 6 -

TABLEAU N° 1

Compositions en pourcentages pondéraux

	: Constituants	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre
5	:	: n°1	: n°2	: n°3	: n°4	: n°5	: n°6
	:	SiO ₂	: 47,1:	49,9:	56,4:	45,7:	49,7: 52,7:
	:	Fe ₂ O ₃	: 12,9:	12,9:	12,9:	2,1:	2,1: 2,1:
10	:	Al ₂ O ₃	: 13,8:	4,5:	4,5:	11,5:	4,5: 4,5:
	:	CaO	: 10,3:	10,3:	10,3:	29,5:	29,5: 29,5:
15	:	MgO	: 9,1:	9,1:	9,1:	7,4:	7,4: 7,4:
	:	TiO ₂	: 2,5:	2,5:	2,5:	0,6:	0,6: 0,6:
	:	Na ₂ O	: 2,7:	2,7:	2,7:	1,4:	1,4: 1,4:
20	:	K ₂ O	: 1,2:	1,2:	1,2:	1,3:	1,3: 1,3:
	:	P ₂ O ₅	: -	: 6,5:	0,5:	-	: 3 : 0,5:
25	:	impuretés	: 0,4:	0,4:	0,4:	0,5:	0,5: 0,5:

TABLEAU N° 2

Résistance chimique en milieu physiologique

30

Concentration de SiO₂ dissoute (en mg/l)

	: temps	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre
	: d'attaque:	: n°1	: n°2	: n°3	: n°4	: n°5	: n°6
35	: 30 jours	: 0,7	: 18	: 14	: 1,7	: 30	: 23

REVENDECATIONS

1. Fibre minérale susceptible de se décomposer en présence d'un milieu physiologique, caractérisée en ce qu'elle comprend, outre des impuretés dont la teneur pondérale globale est inférieure à environ 2 %, les constituants suivants selon les proportions pondérales suivantes:

	SiO ₂	43	à 58 %
	Al ₂ O ₃	4	à 10 %
	CaO	7	à 40 %
10	MgO	4	à 12 %
	P ₂ O ₅	0,5	à 7 %
	Fe ₂ O ₃	1	à 20 % (fer total exprimé sous cette forme)

ainsi que les oxydes Na₂O, K₂O, TiO₂, la somme de ces derniers demeurant inférieure à 10 %.

2. Fibre minérale selon la revendication 1, caractérisée en ce que la somme de SiO₂ + Al₂O₃ est supérieure à environ 50 %.

3. Fibre minérale selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que la somme de CaO + MgO demeure inférieure à environ 40 %.

4. Fibre minérale selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la somme des oxydes alcalins demeure inférieure à environ 6 %.

5. Fibre minérale selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend :

	SiO ₂	44	à 50 %
	Al ₂ O ₃	4	à 6 %
	CaO	9	à 30 %
30	MgO	7	à 10 %
	Fe ₂ O ₃	2	à 13 %
	P ₂ O ₅	1	à 7 %
	Na ₂ O+K ₂ O	2	à 5 %
	TiO ₂	0,5	à 3 %

6. Produit destiné à l'isolation thermique et/ou acoustique et constitué au moins en partie de fibres minérales, caractérisé en ce qu'au moins une partie des dites fibres présentent une composition chimique telle que définie par l'une quelconque des revendications précédentes.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2662688

N° d'enregistrement
national

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FR 9006841
FA 444153

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	DATABASE WPIL, No. C83-056640, Derwent Publications Ltd., London GB & SU-A-947112 (HEAT INSUL ACOUSTIC) 30.07.1982 * abrégé *	1-4, 6
A	_____	5
X	EP-A-9418 (OY PARTEK AB) * revendication 1 *	1-4, 6
A	_____	5
A	DATABASE WPIL, No. C86-108388 Derwent Publications Ltd., London GB & SU-A-1211233 (KAMEN SILIKAT COMBI) 15.02.1986 * abrégé *	1-6
D,A	US-A-2663051 (B.A. GRAYBEAL) * le document en entier *	1-6
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		C03C
Date d'achèvement de la recherche 15 FEVRIER 1991		Examinateur KUEHNE H.C.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'un ou de plusieurs revendications ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>I : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande I : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		